

*HS*  
**PATENT**

Attorney Docket No. 05725.0429-0

1C490 U.S. PT 06/18/99  
09/35742

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of: )  
 )  
**Marie-Pascale AUDOUSSET** )  
 )  
Serial No.: New U.S. Patent Application ) Group Art Unit: Unassigned  
 )  
Filed: June 18, 1999 ) Examiner: Unassigned  
 )  
For: DYE COMPOSITION CONTAINING )  
1,8-BIS(2,5-DIAMINOPHOXY)- )  
3,5-DIOXAOCTANE, AN ADDITIONAL )  
OXIDATION BASE AND A COUPLER, )  
AND DYEING PROCESSES )

**CLAIM FOR PRIORITY**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

Under the provisions of Section 119 of 35 U.S.C., Applicant hereby claims the benefit of the filing date of French Patent Application No. 98 07793, filed June 19, 1998, for the above identified United States Patent Application.

In support of Applicants' claim for priority, filed herewith is one certified copy of French Patent Application No. 98 07793.

If any fees are due in connection with the filing of this paper, the Commissioner is authorized to charge our Deposit Account No. 06-0916.

Respectfully submitted,

FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,  
GARRETT & DUNNER, L.L.P.

By:

*TLI*  
Thomas L. Irving  
Reg. No. 28,619

Date: June 18, 1999

THIS PAGE BLANK (USP TO)

# BREVET D'INVENTION

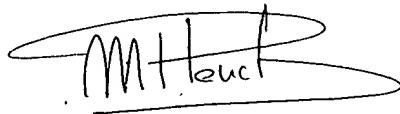
## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 08 JUIN 1999

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets



Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE

26 bis. rue de Saint Petersbourg  
75800 PARIS Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

# BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle-Livre

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Confirmation d'un dépôt par télécopie

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réserve à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES

19 JUIN 1998

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 07793 -

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT

19/6/98

DATE DE DÉPÔT

1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE  
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

L'OREAL  
L. MISZPUTEN - D.P.I.  
6, rue Bertrand Sincholle  
92585 CLICHY Cedex

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

brevet d'invention  demande divisionnaire  
 certificat d'utilité  transformation d'une demande  
de brevet européen



n° du pouvoir permanent références du correspondant téléphone  
0A98132/SG 01.47.56.88.03

Établissement du rapport de recherche

différé  immédiat

certificat d'utilité n°

date

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

oui

non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

Composition tinctoriale contenant du 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, une base d'oxydation additionnelle et un coupleur, et procédés de teinture

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

code APE-NAF :

Forme juridique

L'OREAL

S. A.

Nationalité (s) Française

Adresse (s) complète (s)

14 RUE ROYALE  
75008 PARIS

Pays

FRANCE

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre

oui

non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

requise pour la 1ère fois

requise antérieurement au dépôt : joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire)

L. MISZPUTEN

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

OA98132/SG

BREVET D'INVENTI CERTIFICAT D'UTILITE

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR  
(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9 85 7793

TITRE DE L'INVENTION :

Composition tinctoriale contenant du 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, une base d'oxydation additionnelle et un coupleur, et procédés de teinture

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

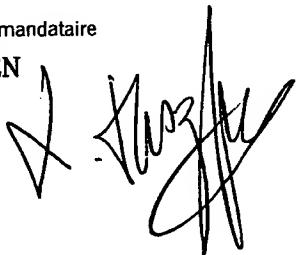
L'OREAL

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

AUDOUSSET Marie-Pascale  
1 allée Louis Jouvet  
92600 ASNIERES

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire  
19 JUIN 1998 - LAURENT MISZPUTEN



L'invention a pour objet une composition pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques contenant une première base d'oxydation choisie parmi le 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, et ses sels d'addition avec un acide, au moins une deuxième base d'oxydation sélectionnée et au moins un coupleur ;

5 ainsi que le procédé de teinture d'oxydation mettant en œuvre cette composition.

Il est connu de teindre les fibres kératiniques et en particulier les cheveux humains avec des compositions tinctoriales contenant des précurseurs de colorant d'oxydation, en particulier des ortho ou paraphénylènediamines, des ortho ou

10 paraaminophénols, des bis-phénylalkylènediamines ou bien encore des composés hétérocycliques, appelés généralement bases d'oxydation. Les précurseurs de colorants d'oxydation, ou bases d'oxydation, sont des composés incolores ou faiblement colorés qui, associés à des produits oxydants, peuvent donner naissance par un processus de condensation oxydative à des composés colorés

15 et colorants.

On sait également que l'on peut faire varier les nuances obtenues avec ces bases d'oxydation en les associant à des coupleurs ou modificateurs de coloration, ces derniers étant choisis notamment parmi les métadiamines aromatiques, les

20 métaaminophénols, les métadiphénols et certains composés hétérocycliques.

La variété des molécules mises en jeu au niveau des bases d'oxydation et des coupleurs, permet l'obtention d'une riche palette de couleurs.

25 La coloration dite "permanente" obtenue grâce à ces colorants d'oxydation, doit par ailleurs satisfaire un certain nombre d'exigences. Ainsi, elle doit être sans inconvénient sur le plan toxicologique, elle doit permettre d'obtenir des nuances dans l'intensité souhaitée et présenter une bonne tenue face aux agents extérieurs (lumière, intempéries, lavage, ondulation permanente, transpiration, frottements).

30

Les colorants doivent également permettre de couvrir les cheveux blancs, et être enfin les moins sélectifs possible, c'est à dire permettre d'obtenir des écarts de

coloration les plus faibles possible tout au long d'une même fibre kératinique, qui peut être en effet différemment sensibilisée (i.e. abîmée) entre sa pointe et sa racine.

5 Il a déjà été proposé, en particulier dans la demande de brevet WO 92/13824 d'utiliser à titre de base d'oxydation et éventuellement en présence d'un coupleur, des 2,5-diaminophénoxy-oxaalcanes. Cependant les colorations obtenues en mettant en œuvre ces bases d'oxydation ne sont pas entièrement satisfaisantes, notamment en ce qui concerne la puissance des colorations obtenues et leur 10 résistance aux différents traitements que peuvent subir les cheveux. Les colorations obtenues présentent en particulier une résistance insuffisante à l'action de la lumière.

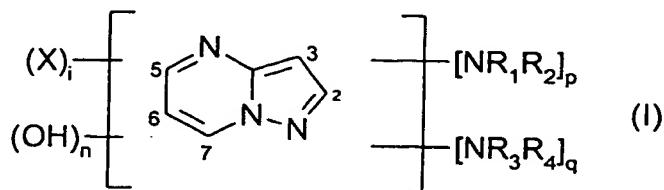
Or, la Demandante vient maintenant de découvrir, de façon totalement 15 inattendue et surprenante, que l'association du 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, et/ou d'au moins un de ses sels d'addition avec un acide, avec au moins une deuxième base d'oxydation convenablement sélectionnée, et au moins 20 un coupleur permettait d'obtenir des colorations puissantes présentant de plus des propriétés de résistance améliorées vis à vis des diverses agressions que peuvent subir les cheveux (shampooings, lumière, intempéries, ondulations permanentes, transpiration, frottements, etc...).

- Ces découvertes sont à la base de la présente invention.

25 L'invention a donc pour premier objet une composition pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques, et en particulier des fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, caractérisée par le fait qu'elle contient, dans un milieu approprié pour la teinture :

30 - du 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane et/ou au moins un de ses sels d'addition avec un acide, à titre de première base d'oxydation ;

- au moins une base d'oxydation additionnelle choisie parmi la paraphénylènediamine, la paratoluylènediamine, la N,N-bis-( $\beta$ -hydroxyéthyl) paraphénylènediamine, la 2-( $\beta$ -hydroxyéthyl) paraphénylènediamine, la 2,6-diméthyl paraphénylènediamine, la 2-isopropyl paraphénylènediamine, la 5 2-chloro paraphénylènediamine, la N-phényl paraphénylènediamine, la 4,4'-diamino diphenylamine, la N-méthoxyéthyl paraphénylènediamine, la 2-n-propyl paraphénylènediamine, le 4-aminophénol, le N-méthyl 4-aminophénol, le 2-hydroxyméthyl 4-aminophénol, le 3-méthyl 4-aminophénol, le 2-aminométhyl 4-aminophénol, le 2-( $\beta$ -hydroxyéthylaminométhyl) 4-aminophénol, le 2-méthoxy 10 4-aminophénol, le 2-méthoxyméthyl 4-aminophénol la tétraaminopyrimidine, la 4-hydroxy 2,5,6-triamino pyrimidine, le 4,5-diamino 1-éthyl 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino N-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-(4'-chlorobenzyl) pyrazole, le N,N'-bis-( $\beta$ -hydroxyéthyl) N,N'-bis-(4'-aminophényl) 1,3-diamino propanol, la 15 3-amino 6-diméthylamino pyridine et les pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidines de formule (I) suivante :



dans laquelle :

20 - R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> désignent , identiques ou différents un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical aryle, un radical hydroxyalkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical polyhydroxyalkyle en C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>, un radical (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alcoxy alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> (l'amine pouvant être protégée par un acétyle, un uréido, un sulfonyl), un radical (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical 25 di-[(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl] amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> (les dialkyles pouvant former un cycle aliphatique ou hétérocyclique à 5 ou 6 chaînons), un radical hydroxy(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl- ou di-[hydroxy(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>) alkyl]-amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> ;

- les radicaux X, identiques ou différents, désignent un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical aryle, un radical hydroxyalkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical polyhydroxyalkyle en C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>, un radical amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical di-[(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl] amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> (les dialkyles pouvant former un cycle aliphatique ou hétérocyclique à 5 ou 6 chaînons), un radical hydroxy(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl ou di-[hydroxy(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl]amino alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un radical amino, un radical (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl- ou di-[(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)alkyl]-amino ; un atome d'halogène, un groupe acide carboxylique, un groupe acide sulfonique ;

10

- i vaut 0, 1, 2 ou 3 ;
- p vaut 0 ou 1 ;
- q vaut 0 ou 1 ;
- n vaut 0 ou 1 ;

15

sous réserve que :

- (i) la somme p + q est différente de 0 ;
- (ii) lorsque p + q est égal à 2, alors n vaut 0 et les groupes NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> et NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub> occupent les positions (2,3) ; (5,6) ; (6,7) ; (3,5) ou (3,7) ;
- (iii) lorsque p + q est égal à 1 alors n vaut 1 et le groupe NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> (ou NR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>) et le groupe OH occupent les positions (2,3) ; (5,6) ; (6,7) ; (3,5) ou (3,7) ; et leurs sels d'addition avec un acide ;

- et au moins un coupleur.

25

Comme indiqué précédemment, la composition tinctoriale conforme à l'invention conduit à des colorations puissantes qui présentent de plus d'excellentes propriétés de résistance vis à vis de l'action des différents agents extérieurs (lumière, intempéries, lavage, ondulation permanente, transpiration, frottements).

30 Ces propriétés sont particulièrement remarquables en ce qui concerne la résistance des colorations obtenues vis à vis de la lumière.

Parmi les pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidines de formule (I), utilisables à titre de deuxième base d'oxydation dans les compositions tinctoriales conformes à l'invention, on peut notamment citer :

- 5 - la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2-méthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2,5-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ;
- la 2,7-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ;
- 10 - le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ol ;
- le 3-amino 5-méthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ol ;
- le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-5-ol ;
- le 2-(3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ylamino)-éthanol ;
- la 3-amino-7-β-hydroxyéthylamino-5-méthyl-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine ;
- 15 - le 2-(7-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-3-ylamino)-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ;
- le 2-[(7-amino-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-3-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ;
- 20 - la 5,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2, 5, N-7, N-7-tetraméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- et leurs sels d'addition avec un acide.
- 25 La nature du ou des coupleurs pouvant être utilisés dans la composition tinctoriale conforme à l'invention n'est pas critique. Ils peuvent être choisis parmi les coupleurs classiquement utilisés pour la teinture des fibres kératiniques et parmi lesquels on peut notamment citer les métaphénylénediamines, les métaminophénols, les métadiphénols et les coupleurs hétérocycliques tels que par exemple les dérivés indoliques, les dérivés indoliniques, les dérivés pyridiniques et les pyrazolones, et leurs sels d'addition avec un acide.
- 30

Ces coupleurs sont plus particulièrement choisis parmi le 5-amino 2-méthyl phénol, le 5-N-(β-hydroxyéthyl)amino 2-méthyl phénol, le 3-amino phénol, le 1,3-dihydroxy benzène, le 1,3-dihydroxy 2-méthyl benzène, le 4-chloro 1,3-dihydroxy benzène, le 2,4-diamino 1-(β-hydroxyéthyoxy) benzène, le 5 2-amino 4-(β-hydroxyéthylamino) 1-méthoxy benzène, le 1,3-diamino benzène, le 1,3-bis-(2,4-diaminophénoxy) propane, le sésamol, l'α-naphtol, le 6-hydroxy indole, le 4-hydroxy indole, le 4-hydroxy N-méthyl indole, la 6-hydroxy indoline, la 6-hydroxybenzomorpholine, la 2,6-dihydroxy 4-méthyl pyridine, le 1-H 3-méthyl pyrazole 5-one, le 1-phényl 3-méthyl pyrazole 5-one, et leurs sels d'addition avec 10 un acide.

D'une manière générale, les sels d'addition avec un acide utilisables dans le cadre de l'invention (bases d'oxydation et coupleurs) sont notamment choisis parmi les chlorhydrates, les bromhydrates, les sulfates, les citrates, les succinates, les 15 tartrates, les lactates et les acétates.

Le 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane et/ou le ou ses sels d'addition avec un acide représentent de préférence de 0,0005 à 12% en poids environ du poids total de la composition tinctoriale, et encore plus préférentiellement de 0,005 20 à 6 % en poids environ de ce poids.

La ou les bases d'oxydation additionnelles conformes à l'invention et/ou le ou leurs sels d'addition avec un acide représentent de préférence de 0,0005 à 12 % en poids environ du poids total de la composition tinctoriale, et encore plus 25 préférentiellement de 0,005 à 6 % en poids environ de ce poids.

Le ou les coupleurs représentent de préférence de 0,0001 à 10 % en poids environ du poids total de la composition tinctoriale et encore plus préférentiellement de 0,005 à 5 % en poids environ de ce poids.

30

Le milieu approprié pour la teinture (ou support) est généralement constitué par de l'eau ou par un mélange d'eau et d'au moins un solvant organique pour solubiliser

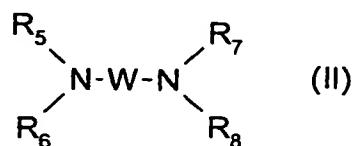
les composés qui ne seraient pas suffisamment solubles dans l'eau. A titre de solvant organique, on peut par exemple citer les alcanols inférieurs en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, tels que l'éthanol et l'isopropanol ; le glycérol ; les glycols et éthers de glycols comme le 2-butoxyéthanol, le propylèneglycol, le monométhyléther de propylèneglycol, le 5 monoéthyléther et le monométhyléther du diéthylèneglycol, ainsi que les alcools aromatiques comme l'alcool benzylique ou le phénoxyéthanol, les produits analogues et leurs mélanges.

Les solvants peuvent être présents dans des proportions de préférence comprises 10 entre 1 et 40 % en poids environ par rapport au poids total de la composition tinctoriale, et encore plus préférentiellement entre 5 et 30 % en poids environ.

Le pH de la composition tinctoriale conforme à l'invention est généralement compris entre 3 et 12 environ, et de préférence entre 5 et 11 environ. Il peut être 15 ajusté à la valeur désirée au moyen d'agents acidifiants ou alcalinisants habituellement utilisés en teinture des fibres kératiniques.

Parmi les agents acidifiants, on peut citer, à titre d'exemple, les acides minéraux ou organiques comme l'acide chlorhydrique, l'acide orthophosphorique, l'acide 20 sulfurique, les acides carboxyliques comme l'acide acétique, l'acide tartrique, l'acide citrique, l'acide lactique, les acides sulfonyques.

Parmi les agents alcalinisants on peut citer, à titre d'exemple, l'ammoniaque, les carbonates alcalins, les alcanolamines telles que les mono-, di- et 25 triéthanolamines ainsi que leurs dérivés, les hydroxydes de sodium ou de potassium et les composés de formule (II) suivante :



30 dans laquelle W est un reste propylène éventuellement substitué par un groupement hydroxyle ou un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> ; R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub> et R<sub>8</sub>, identiques

ou différents, représentent un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> ou hydroxyalkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>.

5 Les compositions de teinture d'oxydation conformes à l'invention peuvent également renfermer au moins un colorant direct, notamment pour modifier les nuances ou les enrichir en reflets.

10 La composition tinctoriale conforme à l'invention peut également renfermer divers adjuvants utilisés classiquement dans les compositions pour la teinture des cheveux, tels que des agents tensio-actifs anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères, zwittérioniques ou leurs mélanges, des polymères anioniques, cationiques, non-ioniques, amphotères, zwittérioniques ou leurs mélanges, des agents épaississants minéraux ou organiques, des agents antioxydants, des agents de pénétration, des agents séquestrants, des parfums, des tampons, des 15 agents dispersants, des agents de conditionnement tels que par exemple des silicones volatiles ou non volatiles, modifiées ou non modifiées, des agents filmogènes, des céramides, des agents conservateurs, des agents opacifiants.

20 Bien entendu, l'homme de l'art veillera à choisir ce ou ces éventuels composés complémentaires de manière telle que les propriétés avantageuses attachées intrinsèquement à la composition de teinture d'oxydation conforme à l'invention ne soient pas, ou实质iellement pas, altérées par la ou les adjonctions envisagées.

25 La composition tinctoriale selon l'invention peut se présenter sous des formes diverses, telles que sous forme de liquides, de crèmes, de gels, ou sous toute autre forme appropriée pour réaliser une teinture des fibres kératiniques, et notamment des cheveux humains.

30 L'invention a également pour objet un procédé de teinture d'oxydation des fibres kératiniques et en particulier des fibres kératiniques humaines telles que les

cheveux mettant en œuvre la composition tinctoriale telle que définie précédemment.

Selon ce procédé, on applique sur les fibres au moins une composition tinctoriale

5 telle que définie précédemment, la couleur étant révélée à pH acide, neutre ou alcalin à l'aide d'un agent oxydant qui est ajouté juste au moment de l'emploi à la composition tinctoriale ou qui est présent dans une composition oxydante appliquée simultanément ou séquentiellement.

10 Selon une forme de mise en œuvre préférée du procédé de teinture de l'invention, on mélange de préférence, au moment de l'emploi, la composition tinctoriale décrite ci-dessus avec une composition oxydante contenant, dans un milieu approprié pour la teinture, au moins un agent oxydant présent en une quantité suffisante pour développer une coloration. Le mélange obtenu est ensuite appliqué

15 sur les fibres kératiniques et on laisse poser pendant 3 à 50 minutes environ, de préférence 5 à 30 minutes environ, après quoi on rince, on lave au shampooing, on rince à nouveau et on sèche.

L'agent oxydant peut être choisi parmi les agents oxydants classiquement utilisés

20 pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques, et parmi lesquels on peut citer le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde d'urée, les bromates de métaux alcalins, les persels tels que les perborates et persulfates, et les enzymes parmi lesquelles on peut citer les peroxydases, les oxydo-réductases à 2 électrons telles que les uricases et les oxygénases à 4 électrons comme les laccases. Le peroxyde

25 d'hydrogène est particulièrement préféré.

Le pH de la composition oxydante renfermant l'agent oxydant tel que défini ci-dessus est tel qu'après mélange avec la composition tinctoriale, le pH de la composition résultante appliquée sur les fibres kératiniques varie de préférence

30 entre 3 et 12 environ, et encore plus préférentiellement entre 5 et 11. Il est ajusté à la valeur désirée au moyen d'agents acidifiants ou alcalinisants habituellement utilisés en teinture des fibres kératiniques et tels que définis précédemment.

La composition oxydante telle que définie ci-dessus peut également renfermer divers adjuvants utilisés classiquement dans les compositions pour la teinture des cheveux et tels que définis précédemment.

- 5 La composition qui est finalement appliquée sur les fibres kératiniques peut se présenter sous des formes diverses, telles que sous forme de liquides, de crèmes, de gels, ou sous toute autre forme appropriée pour réaliser une teinture des fibres kératiniques, et notamment des cheveux humains.
- 10 Un autre objet de l'invention est un dispositif à plusieurs compartiments ou "kit" de teinture ou tout autre système de conditionnement à plusieurs compartiments dont un premier compartiment renferme la composition tinctoriale telle que définie ci-dessus et un second compartiment renferme la composition oxydante telle que définie ci-dessus. Ces dispositifs peuvent être équipés d'un moyen permettant de délivrer sur les cheveux le mélange souhaité, tel que les dispositifs décrits dans le brevet FR-2 586 913 au nom de la demanderesse.
- 15

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

## EXEMPLES

EXEMPLES 1 à 6 DE TEINTURE EN MILIEU ALCALIN

5 On a préparé les compositions tinctoriales conformes à l'invention suivantes (teneurs en grammes) :

EXAMPLE	1	2	3	4	5	6
1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, tétrachlorhydrate, monohydrate	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39
Paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	0,162	-	0,162	-	-	-
Para-aminophénol (base d'oxydation additionnelle)	-	0,163	-	-	-	-
3-méthyl 4-amino phénol (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	0,184	-	-
Dichlorhydrate de 2-(β-hydroxyéthyl)paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	-	0,337	-
Dichlorhydrate de 2,6-diméthyl paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	-	-	0,313
5-N-(β-hydroxyéthyl)amino 2-méthyl phénol (couleur)	0,498	-	-	-	-	-
Dichlorhydrate de 2,4-diamino phénoxyéthanol (couleur)	-	0,723	-	-	-	-
1,3-dihydroxy benzène (couleur)	-	-	0,33	-	-	-
5-amino 2-méthyl phénol (couleur)	-	-	-	0,369	-	-
3-amino phénol	-	-	-	-	0,327	-
6-hydroxybenzomorpholine						0,453
Support de teinture commun n°1	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)	(*)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g					

(\*) Support de teinture commun n°1 :

	- Alcool éthylique à 96°	18 g
	- Métabisulfite de sodium en solution aqueuse à 35%	0,68 g
5	- Sel pentasodique de l'acide diéthylènetriaminopentacétique	1,1 g
	- Ammoniaque à 20% de NH <sub>3</sub>	10,0 g

Au moment de l'emploi, on a mélangé poids pour poids chacune des compositions tinctoriales ci-dessus avec une solution de peroxyde d'hydrogène à 10 20 volumes (6 % en poids) de pH 3.

Le mélange obtenu a été appliqué sur des mèches de cheveux gris, naturels ou permanentés, à 90 % de blancs pendant 30 minutes. Les mèches ont ensuite été rincés, lavés avec un shampooing standard, rincées à nouveau puis séchées.

15

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-après :

EXAMPLE	pH de teinture	Nuance obtenue sur cheveux naturels	Nuance obtenue sur cheveux permanentés
1	10 ± 0,2	Châtain clair irisé violacé	Châtain violine
2	10 ± 0,2	Cendré violacé	Bleu puissant
3	10 ± 0,2	Blond foncé doré irisé	Châtain clair doré irisé
4	10 ± 0,2	Blond irisé violacé	Châtain clair violine cendré
5	10 ± 0,2	Gris	Gris mat puissant
6	10 ± 0,2	Vert doré	Vert clair

**EXEMPLES 7 à 12 DE TEINTURE EN MILIEU NEUTRE**

On a préparé les compositions tinctoriales conformes à l'invention suivantes (teneurs en grammes) :

5

EXAMPLE	7	8	9	10	11	12
1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane, tétrachlorhydrate, monohydrate	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39
Paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	0,162	-	0,162	-	-	-
Para-aminophénol (base d'oxydation additionnelle)	-	0,163	-	-	-	-
3-méthyl 4-amino phénol (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	0,184	-	-
Dichlorhydrate de 2-( $\beta$ -hydroxyéthyl) paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	-	0,337	-
Dichlorhydrate de 2,6-diméthyl paraphénylénediamine (base d'oxydation additionnelle)	-	-	-	-	-	0,313
5-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)amino 2-méthyl phénol (couleur)	0,498	-	-	-	-	-
Dichlorhydrate de 2,4-diamino phénoxyéthanol (couleur)	-	0,723	-	-	-	-
1,3-dihydroxy benzène (couleur)	-	-	0,33	-	-	-
5-amino 2-méthyl phénol (couleur)	-	-	-	0,369	-	-
3-amino phénol	-	-	-	-	0,327	-
6-hydroxybenzomorpholine						0,453
Support de teinture commun n°2	(**)	(**)	(**)	(**)	(**)	(**)
Eau déminéralisée q.s.p.	100 g					

(\*\*) Support de teinture commun n°2 :

	- Ethanol à 96°	18	g
	- Tampon $K_2HPO_4 / KH_2PO_4$ (1,5 M / 1 M)	10	g
5	- Métabisulfite de sodium	0,68	g
	- Sel pentasodique de l'acide diéthylènetriaminopentacétique	1,1	g

Au moment de l'emploi, on a mélangé poids pour poids chacune des compositions tinctoriales ci-dessus avec une solution de peroxyde d'hydrogène à 10 volumes (6 % en poids) de pH 3.

Le mélange obtenu a été appliqué sur des mèches de cheveux gris, naturels ou permanentés, à 90 % de blancs pendant 30 minutes. Les mèches ont ensuite été rincés, lavés avec un shampooing standard, rincées à nouveau puis séchées.

15

Les nuances obtenues figurent dans le tableau ci-après :

EXAMPLE	pH de teinture	Nuance obtenue sur cheveux naturels	Nuance obtenue sur cheveux permanentés
7	$5,7 \pm 0,2$	Châtain clair violine	Châtain violine puissant
8	$5,7 \pm 0,2$	Blond foncé cendré	Châtain clair cendré puissant
9	$5,7 \pm 0,2$	Gris cendré puissant	Gris puissant
10	$5,7 \pm 0,2$	Gris cendré	Gris cendré violacé
11	$5,7 \pm 0,2$	Gris bleu	Gris bleu
12	$5,7 \pm 0,2$	Vert doré	Vert

## REVENDICATIONS

1. Composition pour la teinture d'oxydation des fibres kératiniques, et en particulier des fibres kératiniques humaines telles que les cheveux, caractérisée par le fait

5 qu'elle contient, dans un milieu approprié pour la teinture :

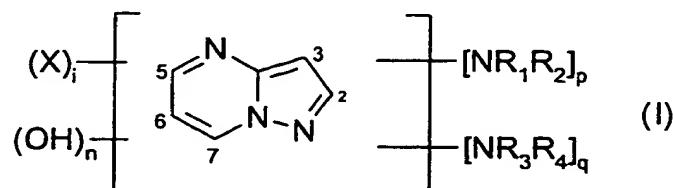
- du 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane et/ou au moins un de ses sels d'addition avec un acide, à titre de première base d'oxydation

10 - au moins une base d'oxydation additionnelle choisie parmi la paraphénylènediamine, la paratoluylènediamine, la N,N-bis-( $\beta$ -hydroxyéthyl) paraphénylènediamine, la 2-( $\beta$ -hydroxyéthyl) paraphénylènediamine, la 2,6-diméthyl paraphénylènediamine, la 2-isopropyl paraphénylènediamine, la 2-chloro paraphénylènediamine, la N-phényle paraphénylènediamine, la

15 4,4'-diamino diphénylamine, la N-méthoxyéthyl paraphénylènediamine, la 2-n-propyl paraphénylènediamine, le 4-aminophénol, le N-méthyl 4-aminophénol, le 2-hydroxyméthyl 4-aminophénol, le 3-méthyl 4-aminophénol, le 2-aminométhyl 4-aminophénol, le 2-( $\beta$ -hydroxyéthylaminométhyl) 4-aminophénol, le 2-méthoxy 4-aminophénol, le 2-méthoxyméthyl 4-aminophénol la tétraaminopyrimidine, la

20 4-hydroxy 2,5,6-triamino pyrimidine, le 4,5-diamino 1-éthyl 3-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino N-méthyl pyrazole, le 4,5-diamino 1-(4'-chlorobenzyl) pyrazole, le N,N'-bis-( $\beta$ -hydroxyéthyl) N,N'-bis-(4'-aminophényl) 1,3-diamino propanol, la 3-amino 6-diméthylamino pyridine et les pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidines de formule (I) suivante :

25



dans laquelle :

- $R_1, R_2, R_3$  et  $R_4$  désignent, identiques ou différents un atome d'hydrogène, un radical alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical aryle, un radical hydroxyalkyle en  $C_1-C_4$ , un radical polyhydroxyalkyle en  $C_2-C_4$ , un radical  $(C_1-C_4)$ alcoxy alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical amino alkyle en  $C_1-C_4$  (l'amine pouvant être protégée par un acétyle, un uréido, un sulfonyl), un radical  $(C_1-C_4)$ alkyl amino alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical di- $[(C_1-C_4)$ alkyl] amino alkyle en  $C_1-C_4$  (les dialkyles pouvant former un cycle aliphatique ou hétérocyclique à 5 ou 6 chaînons), un radical hydroxy( $C_1-C_4$ )alkyl- ou di-[hydroxy( $C_1-C_4$ ) alkyl]-amino alkyle en  $C_1-C_4$  ;

5

- les radicaux  $X$ , identiques ou différents, désignent un atome d'hydrogène, un radical alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical aryle, un radical hydroxyalkyle en  $C_1-C_4$ , un radical polyhydroxyalkyle en  $C_2-C_4$ , un radical amino alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical  $(C_1-C_4)$ alkyl amino alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical di- $[(C_1-C_4)$ alkyl] amino alkyle en  $C_1-C_4$  (les dialkyles pouvant former un cycle aliphatique ou hétérocyclique à 5 ou 6 chaînons), un radical hydroxy( $C_1-C_4$ )alkyl ou di-[hydroxy( $C_1-C_4$ )alkyl]amino alkyle en  $C_1-C_4$ , un radical amino, un radical  $(C_1-C_4)$ alkyl- ou di- $[(C_1-C_4)$ alkyl]-amino ; un atome d'halogène, un groupe acide carboxylique, un groupe acide sulfonique ;

10

- $i$  vaut 0, 1, 2 ou 3 ;
- $p$  vaut 0 ou 1 ;
- $q$  vaut 0 ou 1 ;
- $n$  vaut 0 ou 1 ;

15

- sous réserve que :
- (i) la somme  $p + q$  est différente de 0 ;
- (ii) lorsque  $p + q$  est égal à 2, alors  $n$  vaut 0 et les groupes  $NR_1R_2$  et  $NR_3R_4$  occupent les positions (2,3) ; (5,6) ; (6,7) ; (3,5) ou (3,7) ;
- (iii) lorsque  $p + q$  est égal à 1 alors  $n$  vaut 1 et le groupe  $NR_1R_2$  (ou  $NR_3R_4$ ) et le groupe OH occupent les positions (2,3) ; (5,6) ; (6,7) ; (3,5) ou (3,7) ;

20

- et leurs sels d'addition avec un acide ;

25

- et au moins un coupleur.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que les pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidines de formule (I) sont choisies parmi :

5

- la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2-méthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2,5-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ;
- 10 - la 2,7-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,5-diamine ;
- le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ol ;
- le 3-amino 5-méthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ol ;
- le 3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-5-ol ;
- le 2-(3-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-ylamino)-éthanol ;
- 15 - la 3-amino-7-β-hydroxyéthylamino-5-méthyl-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine ;
- le 2-(7-amino pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-3-ylamino)-éthanol ;
- le 2-[(3-amino-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-7-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ;
- le 2-[(7-amino-pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidin-3-yl)-(2-hydroxyéthyl)-amino]-éthanol ;
- 20 - la 5,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2,6-diméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;
- la 2, 5, N-7, N-7-tetraméthyl pyrazolo-[1,5-a]-pyrimidine-3,7-diamine ;

et leurs sels d'addition avec un acide.

25

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que le ou les coupleurs sont choisis parmi les métaphénylènediamines, les méta-aminophénols, les métadiphénols et les coupleurs hétérocycliques tels que par exemple les dérivés indoliques, les dérivés indoliniques, les dérivés pyridiniques et les pyrazolones, et leurs sels d'addition avec un acide.

4. Composition selon la revendication 3, caractérisée par le fait que le ou les coupleurs sont choisis parmi le 5-amino 2-méthyl phénol, le 5-N-( $\beta$ -hydroxyéthyl)amino 2-méthyl phénol, le 3-amino phénol, le 1,3-dihydroxy benzène, le 1,3-dihydroxy 2-méthyl benzène, le 4-chloro 1,3-dihydroxy benzène, le 2,4-diamino 1-( $\beta$ -hydroxyéthyoxy) benzène, le 2-amino 4-( $\beta$ -hydroxyéthylamino) 1-méthoxy benzène, le 1,3-diamino benzène, le 1,3-bis-(2,4-diaminophénoxy) propane, le sésamol, l' $\alpha$ -naphtol, le 6-hydroxy indole, le 4-hydroxy indole, le 4-hydroxy N-méthyl indole, la 6-hydroxy indoline, la 6-hydroxybenzomorpholine, la 2,6-dihydroxy 4-méthyl pyridine, le 1-H 3-méthyl pyrazole 5-one, le 1-phényl 3-méthyl pyrazole 5-one, et leurs sels d'addition avec un acide.

5

10

15

15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que les sels d'addition avec un acide sont choisis parmi les chlorhydrates, les bromhydrates, les sulfates, les citrates, les succinates, les tartrates, les lactates et les acétates.

15

20

20. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane et/ou le ou ses sels d'addition avec un acide représentent de 0,0005 à 12% en poids du poids total de la composition tinctoriale.

25

25. Composition selon la revendication 6, caractérisée par le fait que le 1,8-bis-(2,5-diaminophénoxy)-3,5-dioxaoctane et/ou le ou ses sels d'addition avec un acide représentent de 0,005 à 6 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

30

30. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la ou les bases d'oxydation additionnelles et/ou le ou leurs sels d'addition avec un acide représentent de 0,0005 à 12 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

9. Composition selon la revendication 8, caractérisée par le fait que la ou les bases d'oxydation additionnelles et/ou le ou leurs sels d'addition avec un acide représentent de 0,005 à 6 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

5

10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le ou les coupleurs représentent de 0,0001 à 10 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

10 11. Composition selon la revendication 10, caractérisée par le fait que le ou les coupleurs représentent de 0,005 à 5 % en poids du poids total de la composition tinctoriale.

15 12. Procédé de teinture d'oxydation des fibres kératiniques et en particulier des fibres kératiniques humaines telles que les cheveux caractérisé par le fait qu'on applique sur lesdites fibres au moins une composition tinctoriale telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 11, et que l'on révèle la couleur à pH acide, neutre ou alcalin à l'aide d'un agent oxydant qui est ajouté juste au moment de l'emploi à la composition tinctoriale ou qui est présent dans 20 une composition oxydante appliquée simultanément ou séquentiellement.

25 13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé par le fait que l'agent oxydant est choisi parmi le peroxyde d'hydrogène, le peroxyde d'urée, les bromates de métaux alcalins, les persels, et les enzymes.

14. Dispositif à plusieurs compartiments, ou "kit" de teinture à plusieurs compartiments, dont un premier compartiment renferme une composition tinctoriale telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 11 et un second compartiment renferme une composition oxydante.

30

**FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,  
GARRETT & DUNNER, L.L.P.**

**1300 I Street, N.W.**

**Washington, D.C. 20005**

**(202) 408-4000**

**NEW U.S. PATENT APPLICATION**

**FILING DATE: JUNE 18, 1999**

**INVENTOR: MARIE-PASCALE AUDOUSSET**

**DOCKET NO. 05725.0429-00000**